



Dynamic Search: Derwent World Patents Index

Records for: JP 06024878

date as alert

save citation/...

Output	Format: Full Record	Output as: Browser	display/send
Modify	refine search		back to picklist

all none Records 1 of 1 In full Format

✓1. 4/19/1 DIALOG(R)File 351:Derwent WPI (c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.

009791916

WPI Acc No: 1994-071769/ 199409

XRAM Acc No: C94-032456

Plating of ceramics - by etching with ammonium fluoride,
ultrasonic cleaning, sensitising, activating, electroless plating, etc.

Patent Assignee: OLYMPUS OPTICAL CO LTD (OLYU)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 6024878	A	19940201	JP 92207195	A	19920710	199409 B

Priority Applications (No Type Date): JP 92207195 A 19920710

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 6024878	A		4	C04B-041/88	

Abstract (Basic): JP 6024878 A

The process comprises etching the machinable ceramics with etchant of ammonium fluoride, and eliminating the ceramics powder from the etching step by ultrasonic cleaning; sensitising and activation treatment; forming a plating substratum with low concn. plating soln. by electroless plating; cleaning and heat treating.

USE/ADVANTAGE - Used for electroless plating of a machinable ceramics. A thick plating layer of 50-300 microns is obtd.

Dwg. 0/3

Title Terms: PLATE; CERAMIC; ETCH; AMMONIUM; FLUORIDE; ULTRASONIC; CLEAN;
SENSITIVE; ACTIVATE; ELECTROLESS; PLATE

Derwent Class: L02: M13

International Patent Class (Main): C04B-041/88

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): L02-A; M13-H

Derwent WPI (Dialog® File 351): (c) 2003 Thomson Derwent. All rights reserved.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-24878

(43) 公開日 平成6年(1994)2月1日

(51) Int.Cl.⁵

C 0 4 B 41/88

識別記号

庁内整理番号

G

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平4-207195

(22) 出願日 平成4年(1992)7月10日

(71) 出願人 000000376

オリンパス光学工業株式会社

東京都渋谷区幡ヶ谷2丁目43番2号

(72) 発明者 菅 哲生

東京都渋谷区幡ヶ谷2丁目43番2号 オリ

ンパス光学工業株式会社内

(72) 発明者 高林 政友

東京都渋谷区幡ヶ谷2丁目43番2号 オリ

ンパス光学工業株式会社内

(72) 発明者 新田 佳樹

東京都渋谷区幡ヶ谷2丁目43番2号 オリ

ンパス光学工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 奈良 武

(54) 【発明の名称】 セラミックスのメッキ方法

(57) 【要約】

【目的】 脆弱構造のマシナブルセラミックスに対して無電解メッキを施す。

【構成】 マシナブルセラミックスの表面を低濃度のフッ化アンモニウム溶液でエッチングし、エッチングにより生じたセラミックス粉を超音波洗浄で除去した後、センシタイジング処理およびアクチベーション処理を行い、その後、低濃度のメッキ液で無電解メッキして密着強度の大きな下地メッキ層を形成し、熱衝撃を緩和して欠陥を生じさせることのない緩慢な条件で洗浄および熱処理し、その後、無電解メッキする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 マシナブルセラミックスの表面を低濃度のフッ化アンモニウム溶液でエッチングし、このエッチングにより生じたセラミックス粉を超音波洗浄で除去した後、センシタイジング処理およびアクチベーション処理を行い、その後、低濃度のメッキ液で無電解メッキして下地メッキ層を形成し、緩慢な条件で洗浄および熱処理して無電解メッキを行なうことを特徴とするセラミックスのメッキ方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、セラミックス、特にマシナブルセラミックスの表面にメッキを施す方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 セラミックスへ無電解メッキを行なう場合には、一般に、セラミックス表面をエッチング処理してセラミックスとメッキ金属との密着力を高めた後、センシタイジング処理およびアクチベーション処理して、無電解メッキすることが行なわれている。特開昭62-265191号公報および同63-17278号公報には、このセラミックスへメッキを施す従来方法が記載されている。

【0003】 特開昭62-265191号公報の方法は、 NH_4F 30~60重量%、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 1~10重量%、 H_2SO_4 5~20重量%、 H_2O 10~64重量%が混合されたエッチング液に液温30~90℃でセラミックスを約1分以上浸漬した後、水洗し、約600℃に加熱した NaOH 融液に30秒以上浸漬し、その後、中和、水洗している。また、特開昭63-17278号公報の方法は、エッチングして無電解メッキした後、その表面に冷間静水圧を加圧してセラミックスとメッキとの密着力を高めている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上述した従来方法では、マシナブルセラミックスへのメッキに適用できない問題があった。すなわち、マシナブルセラミックスは母材の SiO_2 の中に雲母結晶が散在しており、このような構造のセラミックスを特開昭62-265191号公報のように、高濃度の NH_4F 溶液でエッチングすると、セラミックス表面の腐食が急速に進行すると共に、この腐食が雲母結晶の粒界を介して内部に進行する。そして、この腐食が内部まで進行すると、強度が低下して、メッキ時の応力で亀裂が生じるためである。また、エッチング後の水洗だけでは、エッチングで生成したアンカー部分に詰まっているセラミックス粉が除去できないため、メッキの密着強度も低下している。

【0005】 一方、特開昭62-17278号公報の方法においても、マシナブルセラミックスの強度が低いため、冷間静水圧によってエッジ部分が欠ける問題があ

り、マシナブルセラミックスには適用が不可能となっている。

【0006】 本発明は、このような問題点に鑑みてなされたものであり、マシナブルセラミックス自身に欠陥を発生させることなく、極めて密着強度の強いメッキを施すことのできるセラミックスのメッキ方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段および作用】 本発明のメッキ方法は、マシナブルセラミックスの表面を低濃度のフッ化アンモニウム溶液でエッチングし、このエッチングにより生じたセラミックス粉を超音波洗浄で除去した後、センシタイジング処理およびアクチベーション処理を行い、その後、低濃度のメッキ液で無電解メッキして下地メッキ層を形成し、緩慢な条件で洗浄および熱処理して無電解メッキを行なうことを特徴とするものである。

【0008】 上記エッチング処理においては、マシナブルセラミックスをアルカリ溶液に浸漬後に、 NH_4F 溶液に浸漬する。 NH_4F 溶液は10重量%程度の低濃度の溶液が使用され、この溶液にマシナブルセラミックスを例えば3分間、浸漬してエッチングする。かかる NH_4F 溶液は低濃度のため、緩やかなエッチングが行なわれ、これによりセラミックスの強度の低下がなく、亀裂発生もない状態で、その表面が均一にエッチングされる。

【0009】 このエッチング後における超音波洗浄では、エッチングによって生じたセラミックス粉を除去する。すなわち、エッチング後のマシナブルセラミックスを水洗後、セラミックス粉が出なくなるまで超音波洗浄器内で5分間程度洗浄する。このとき、セラミックス粉で洗浄液が濁った場合は、新しい洗浄液に交換し、セラミックス粉が完全に除去されたことを確認する。かかるセラミックス粉の除去により、表面が清浄となるため、セラミックス粉の上にメッキが覆うことがなくなり、メッキの密着強度が増大する。

【0010】 センシタイジング処理においては、通常のセンシタイジングに用いる濃度の半分程度の濃度の塩化スズ水溶液に浸漬することで行なう。このセンシタイジング処理の後、水洗してアクチベーション処理を行なう。このアクチベーション処理においても、通常の半分程度の濃度の塩化パラジウム水溶液に浸漬して行なう。そして、水洗後、センシタイジング処理およびアクチベーション処理を数回繰り返す。かかるセンシタイジング処理およびアクチベーション処理を、通常の濃度で実施する場合には、メッキの核（パラジウム）がエッチングされたセラミックス表面の凹部よりも凸部に多く付着し、この状態でメッキするとセラミックス表面の凹部にメッキが付着しにくくなり投着効果が得られず、メッキの密着強度が低くなるが、半分程度の濃度の半分程度

3

でしかも複数回実施するため、セラミックス表面の凹部にもメッキの核（パラジウム）が均一に付着する。

【0011】下地メッキ層の形成においては、低濃度のメッキ液に浸漬して行い、数 μm のメッキ膜を付着させる。メッキ液を低濃度とすることにより緩速度でメッキが発生するため、セラミックス表面の微細な凹部に対しても無電解メッキ層を形成することができる。図1および図2は低濃度および高濃度のメッキ液により、下地メッキ層3を形成した断面を示し、高濃度メッキ液を使用した図2においては、セラミックス1の凹部2（アンカー部）内にメッキ層3が充填していないのに比べ、低濃度メッキ液を使用した図1においては、セラミックス1の凹部2内をメッキ層3が充填している。このように凹部2内にメッキ層が充填することにより、確実な投着効果が得られるため、メッキ層の密着強度が大きくなる。

【0012】この下地メッキ層形成の後に行う洗浄および熱処理は、緩慢な条件の下で実施する。すなわち、洗浄においては水洗ではなく湯洗とする。マシナブルセラミックスは熱衝撃に対して脆弱であるため、高温のメッキ槽から引き出し後、湯洗するものである。熱処理においても同様で、低温（例えば、200℃前後）で長時間（例えば、2時間程度）、加熱することでマシナブルセラミックスへの熱応力を軽減させる。これらの工程以外の工程においても、高温から低温にする場合には、同様な目的で徐冷を行なう。なお熱処理の前には、乾燥を行なっても良く、この乾燥によりセラミックス内部に侵入した水分を除去できるため、熱処理時におけるセラミックスの割れを防止できる。

【0013】熱処理後における無電解メッキは、マシナブルセラミックス表面にメッキを施す本来の処理工程であり、通常の条件でメッキ処理する。このメッキ処理においては、下地メッキ層と母材のセラミックスとの密着性が強いので、50～300 μm の厚い膜厚でメッキ層を形成できる。

【0014】

【実施例1】マシナブルセラミックスとして商品名ホレパール（ホトンセラミックス（株）製）および商品名マコール（石原薬品（株）製）を使用し、このマシナブルセラミックスを20重量%のカセイカリウム溶液に30秒浸漬して、アルカリ処理した後、10重量%の NH_4F 溶液に3分間浸漬して、エッチング処理した。図3は、ホレパールの表面をエッチング処理した図を示す。このエッチングの後、水洗し、さらに超音波洗浄器で約10分間洗浄した。この洗浄の途中では、エッチングで生じたセラミックス粉により溶液が濁るので、2回程新しい溶液に代えて洗浄し、セラミックス粉が出なくなったことでセラミックス粉が十分に除去されたことを確認した。

【0015】次に、 SnCl_2 を5 g/l 、36% HCl を5 ml/l 溶解した液温30℃の塩化スズ水溶液に

4

5分間、浸漬してセンシタイジング処理し、水洗後、 PdCl_2 を0.2 g/l 、36% HCl を2 ml/l 溶解した液温35℃の塩化パラジウム水溶液に3分間浸漬してアクチベーション処理した。そして、水洗後、上記処理を数回実施した。これらセンシタイジング処理およびアクチベーション処理の各処理液は、通常の処理液の半分程度の濃度である。

【0016】この処理の後、セラミックスを水洗し、 Ni が3 g/l 、 P が7%に調整された低濃度の無電解 P Ni メッキ液に、液温85℃で15分間浸漬して、数 μm の下地メッキ層を形成した。このメッキ後、湯洗し、乾燥した。この場合において、温度変化が大きい工程では、適宜、徐冷した。乾燥後、約200℃の炉内で2時間熱処理し、その後徐冷し、無電解メッキ処理した。

【0017】この無電解メッキ処理は、 Ni が5 g/l 、 P が12%に調整された濃度の無電解 P Ni メッキ液に一定時間浸漬することで行なった。本実施例におけるメッキの析出速度は5～6 $\mu\text{m/時間}$ であるため、必要なメッキ厚に応じて浸漬時間を設定し、例えば150 μm の厚さにメッキする場合は、27時間浸漬した。かかる無電解メッキにより50～300 μm の厚膜のメッキ層を付着させることができた。

【0018】このような本実施例では、マシナブルセラミックスに欠陥を生じさせることがなく、しかも下地メッキ層が強固に密着するため、内部応力の大きな無電解 P Ni メッキでも、50～300 μm の厚いメッキが可能となった。

【0019】

【実施例2】商品名ホトパールをマシナブルセラミックスとして使用し、このセラミックスに対し、熱処理工程まで実施例1と同様な手順で行なった。この熱処理後、硫酸銅7 g/l に調整された液温60℃の無電解 Cu メッキ液に浸漬し、 Cu メッキ層を付着させた。これにより密着強度が大きな状態で良好なメッキ層を形成できた。

【0020】

【実施例3】マシナブルセラミックスに対し、熱処理工程まで実施例1と同様に行い、その後、電気ニッケルメッキを100～200 μm の厚さで付着させた。そして、表面を所定形状に機械加工した後、 Ni が5 g/l 、 P が12%に調整された液温90℃の無電解 P Ni メッキ液に浸漬して、無電解メッキを施した。

【0021】本実施例では、 P Ni メッキとは内部応力の異なる電気ニッケルメッキを中間に施すことにより、温度変化が大きい環境でもメッキの剥離や割れが起こらないメッキが可能となっている。これは無電解 P Ni は圧縮応力であるのに対し、電気ニッケルメッキはこれよりも小さな引張応力であり、これらの応力が相殺されるためである。

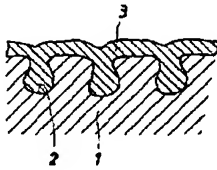
【0022】

5

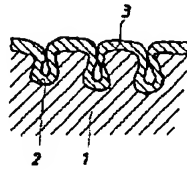
【発明の効果】以上のとおり本発明によれば、マシナブルセラミックスであっても、欠陥を発生させることなく、しかも下地メッキ層と母材のセラミックスとの強固な密着ができるため、内部応力が大きな無電解メッキでも50～300 μ mの厚いメッキを施すことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】



【図2】



【図3】

